

PYRAZINE DERIVATIVE AND HERBICIDE

Publication number: JP6192252 (A)

Publication date: 1994-07-12

Inventor(s): SATO, JUN; KONDO YASUJO; KUDO YOSHIHIRO; NAWAMAKI TSUTOMU; WATANABE SHIGEO; ISHIKAWA KIMIHIRO; ITO YOICHI *

Applicant(s): NISSAN CHEMICAL IND LTD +

Classification:

- International: A01N43/60; A01N43/64; C07D401/04; C07D401/14; C07D405/14; C07D409/14; A01N43/48; A01N43/72; C07D401/00; C07D405/00; C07D409/00; (IPC1-7); A01N43/60; A01N43/64; C07D401/04; C07D401/14; C07D405/14; C07D409/14

- European:

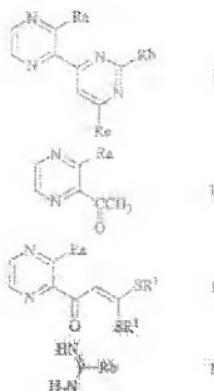
Application number: JP19930235027 19930921

Priority number(s): JP19930235027 19930921; JP19920253064 19920922

Abstract of JP 6192252 (A)

PURPOSE: To obtain a new compound exhibiting excellent herbicidal effect at a low rate of application and useful as a herbicide for plowed land, paddy field and non-plowed land.

CONSTITUTION: The compound of formula I (Ra is H, halogen, alkoxy, alkylamino, alkyl or haloalkyl; Rb is phenyl, benzyl, pyridyl, thienyl or furyl; Rc is SH<1>, OH<2> or N(R<3>)R<4> (R<1> to R<4> are H, allyl, acenyl or alkyne); R<5> and R<6> may together with N form a ring), e.g. 2-[2-(4-chlorophenyl)-6-methylthio-4-pyrimidinyl]-3-ethylpyrazine. The compound of formula I can be produced by reacting a 2-acyl-3-alkylpyrazine of formula II with carbon disulfide and an alkyl halide in the presence of a base and a reagent such as carbon disulfide and dithiobisuccinate derivative of formula III with a phenylamidine derivative of formula IV in the presence of a base. This compound is effective for the control of broad-leaved weeds such as Byzantine-speedwell and white-bird's-eye, gramineous weeds, cyperaceous weeds and paddy field weeds such as bulrush and barnyard grass.



Data supplied from the espacenet database — Worldwide

特開平6-192252

(43) 公開日 平成6年(1994)7月12日

(61) InLCLP	識別記号	序内標示番号	P J	技術表示箇所
C 0 7 D 401/04	2 3 9	7602-4C		
A 0 1 N 43/60		9159-4H		
43/84	1 0 1	9159-4II		
C 0 7 D 401/14	2 3 9	7602-4C		
405/14	2 3 9	7602-4C		

審査請求 未請求 請求項の数2(全43頁) 最終頁に締く

(21) 出願番号 特願平5-215027

(71) 出願人 日產化学工業株式会社

(22) 出願日 平成5年(1993)9月21日

東京都千代田区神田駒町3丁目7番地1

(31) 優先権主張番号 特願平4-253064

(72) 発明者 佐藤 純
千葉県船橋市坪井町722番地1 日產化学工業株式会社中央研究所内

(32) 優先日 平4(1992)9月22日

(73) 発明者 近藤 康夫
千葉県船橋市坪井町722番地1 日產化学工業株式会社中央研究所内

(33) 優先権主張国 日本 (JP)

(72) 発明者 工藤 佳宏
千葉県船橋市坪井町722番地1 日產化学工業株式会社中央研究所内

最終頁に締く

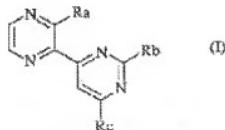
(54) [発明の名称] ピラジン誘導体および除草剤

として有用である。

(57) [要約]

【構成】 式(I)

【化1】



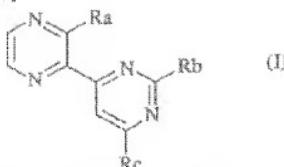
〔式中、Raは水素、ハロゲン、アルキシン、アルキルアミノ、アルキルまたはハロアルキルを表し、Rbは置換されていてもよいフェニル、ペンジル、ビリジル、チエニルまたはフリルを表し、RcはSR¹、OR¹またはN(R¹)R²を表す(R¹、R²およびR¹はそれぞれ独立に水素、アルキル、アルケニルまたはアルキニルを表し、R²およびR¹は結合する要素とともに3~7の環を形成していてよく、その環内に酸素を含んでいてよい)。〕で表されるピラジン誘導体および該誘導体を含有する除草剤。

〔効果〕 本発明化合物は油細、木用、非耕地面用除草剤

【特許請求の範囲】

【請求項1】 式(1)

【化1】



式中、Raは水素原子、ハロゲン原子、C₁₋₄アルコキシ基、C₁₋₄アルキルアミノ基、C₁₋₄アルキル基またはC₁₋₄ハロアルキル基を表し、

Rbは置換基によって任意に置換されていてもよいフェニル基、ベンジル基、ビリジル基、チエニル基またはアリル基（但し、置換基はC₁₋₄アルキル基、ハロゲン原子、C₁₋₄ハロアルキル基およびC₁₋₄ハロアルコキシ基から選ばれる1または2以上を表す。）を表し、RcはSR¹、OR²またはN(R¹)R²を表す（但し、R¹、R²およびR⁴はそれぞれ独立に水素原子、C₁₋₄アルキル基、C₁₋₄アルケニル基またはC₁₋₄アルキニル基を表し、R¹およびR²は結合する窒素原子とともに3～7の環を形成していてもよく、その環内に酸素原子を含んでいてもよい。）】を表されるビラジン誘導体。

【請求項2】 前項1記載のビラジン誘導体を含有する除草剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は新規なビラジン誘導体および該誘導体を有効成分として含有する選択性除草剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来から、重要作物、例えばイネ、大豆、小豆、トウモロコシ、ワタ、ピート等を雑草から守り、これらの農業作物の生産性を高める為に多くの除草剤が実用化されてきた。これらの剤は、適用場面によつて、細作剤、水田用、非耕地用の3つに大別することができる。さらに、各々の中で、葉の施用方法によって土壤剤と処理剤、発芽前と発芽後剤型、発芽後処理（若葉処理）型等に分類することができる。

【0003】 近年、世界的な人口増加に伴い、重要作物の生産性が各國の食糧経済に影響を与えることは明らかである。これらの変化に伴い、從来の農業形態が2世紀に向けて変化することは必然である。現に、農業従事者にとって、作物栽培時に障害となる雑草を経済的、かつ効率良く枯殺できる除草剤の開発は、以前に比べて増え必要となっている。

【0004】 このような除草剤として以下の二つの条件

80

を備えた除草剤の開発が切望されている。低用量で高い除草効果を有するもの（特に環境保護の観点からできるだけ低量散布によって雑草を枯殺することが必要である。）、適度な残効性を有するもの（既に、土壤処理の長い薬物が後作へ被害を与えることが問題となっており、散布後、適度な残効性を示すことが重要である。）、散布後、速やかに雑草を枯殺するもの（薬剤処理後、短い期間で次の作物の播種、移植が可能である。）、播種処理回数が少いもの（農業従事者にとって雑草防除作業の回数をできるだけ少くすることは重要である。）。

【0005】 雜草防除対象が広範なもの（広葉雑草、イネ科雑草、多年生雑草など各種の異った雑草種に對して、1つの剤剤で、これらを防除できる薬剤が望ましい。）、施用方法が多いもの（土壤処理剤、茎葉処理剤などを併せ持つことにより、より強力な除草効果が得られる。）、作物に對して問題となる薬剤を示さないもの（作物と雑草が混在するような耕地面に於いて選択性に枯殺できるものが好ましい。）が望ましい。しかしながら、既存の除草剤はこれらの条件を全て満たしているものではない。

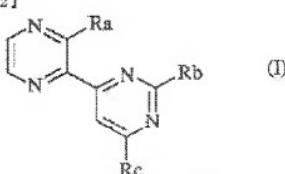
【0006】 ビラジン系によって2位が置換されたビリジン誘導体が除草剤性質を有することは特開平4-234849号公報に開示されている。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、このような状況に鑑み、主要作物に對して選択性を示し、多くの雑草に對して低量で優れた除草効果を有し、土壤処理、茎葉処理結果を兼ね備えた除草剤を開発する為に研究を開始した結果、式(1)

【0008】

【化2】



【0009】 式中、Raは水素原子、ハロゲン原子、C₁₋₄アルコキシ基、C₁₋₄アルキルアミノ基、C₁₋₄アルキル基またはC₁₋₄ハロアルキル基を表し、Rbは置換基によって任意に置換されていてもよいフェニル基、ベンジル基、ビリジル基、チエニル基またはアリル基（但し、置換基はC₁₋₄アルキル基、ハロゲン原子、C₁₋₄ハロアルキル基およびC₁₋₄ハロアルコキシ基から選ばれる1または2以上を表す。）を表し、RcはSR¹、OR²またはN(R¹)R²を表す（但し、R¹、R²、R⁴およびR¹はそれぞれ独立に水素原

子、C₁-アルキル基、C₂-アルケン基またはC₁-アルキニル基を表し、R²およびR³は結合する酸素原子とともに3～7の環を形成してもよく、その環内に酸素原子を含んでいてもよい。) で表されるビラジン誘導体(以下、本発明化合物と称する。)を見出した。

【0010】本発明化合物は煙草、水田、非耕地用除草剤として、千葉選別、将葉選別のいずれの選別方法においても、イヌホウズキ、チヨウセンアサガオ、イチビ、アメリカキンゾウカ、マルバアサガオ、イスビニ、オオビニ、オナモミ、ブククサ、ヒマリ、ハキダスギ、セイヨウトゲアザミ、ノボロギク、ヒスチョン、イスガラシ、ノハラガラシ、ナズナ、イスグデ、ソバカズラ、スベリヒユ、シロザ、コアカザ、ホウキギ、ハコベ、オオイヌノフグリ、ツニクサ、ホトケノザ、ヒスオドリコソウ、コニシキソウ、オオニシキソウ、ヤエムグラ、アカネ、スマレ、アメリカツノクサネム、エビスグサ、コ*

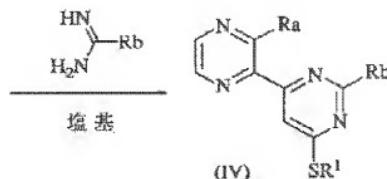
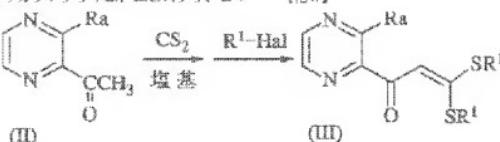
*センダングサ等の広葉雑草。

【0011】野生ソルガム、オオクサキビ、ジョンソングラス、イスビエ、ブラックグラス、メビシバ、カラスマギ、オヒシバ、エノコログサ、スズメノテッポウサ等のイネ科雑草、ハマスグ等のカヤツリグサ科雑草、ヘラオモダカ、オモダカ、ウリカワ、タマゴヤツリ、ミズガヤツリ、ホタルイ、クログワイ、アゼナ、コナギ、ヒルムシロ、カカンダガ、タイヌビエ等の各種水田雑草に供養量で高い殺草力を有する。

【0012】本発明化合物は例えばスキーム1～5に示す方法によって合成できる(スキーム1～5のR^a、R^b、R^c、R^d、R^eおよびR^fは前記と同様の意味を表し、R¹はC₁-アルキル基を表し、Rⁿは1または2を表し、Mはナトリウム原子あるいはカリウム原子を表す。)。

【0013】

【化3】



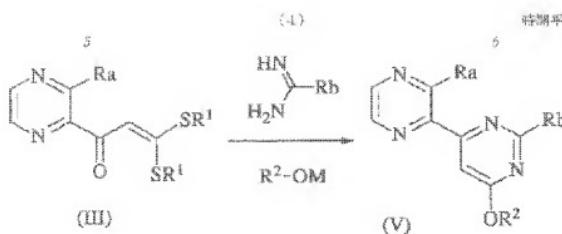
スキーム1

【0014】(1)スキーム1は第1段階として2-アシル-3-アルキルビラジン(II)に塩基の存在下、1：1強化炭素、ハロゲン化アルキルを反応させてケテンジテオアセタール誘導体(III)とし、第2段階として(II)とフェニルアミジン誘導体と塩基存在下で反応させ

本発明化合物(IV)(R^c；SR¹の場合)製造する方法を表す。

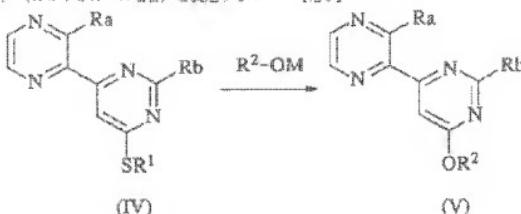
【0015】

【化4】



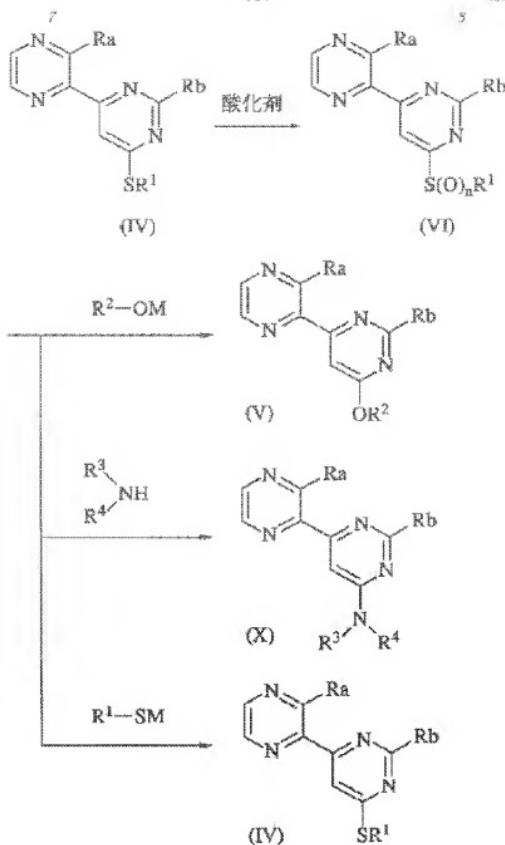
スキンム2

[0016] (2) スキーム2は(II)とフェニルアミジン誘導体を金属アルコキサイドの存在下、反応させ本発明化合物(V) (R_c:OR^dの場合)を製造する*



三十一

【0018】(3)スキーム3は(IV)と金属アルコキサイドを反応させ本発明化合物(V)(R'e:OR²の場合)を製造する方法である。

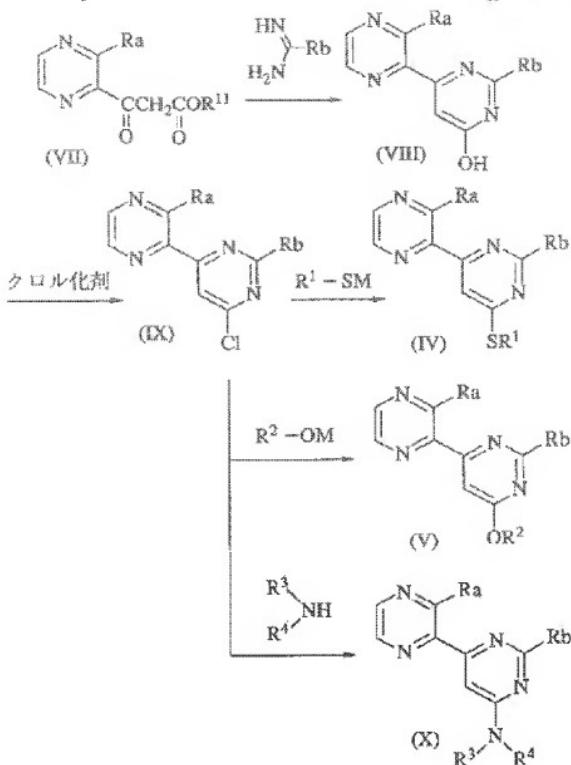


スキー 4

場合)、(X) ($Rc : N(R^3)$ R^4 の場合) または
(IV) ($Rc : S R^1$ の場合) を製造する方法を表す。
【0021】
【化7】

[0020] (4) スキーム4は第1段階として (IV) を酰化して化合物 (VI) とし、第2段階として (VI) と金属アルコキンド、アミンまたは金属メルカプチドと反応させ、生成する未発明化合物 (V) ($R_1-C(=O)R^2$) の

g



スキーム 5

【0022】(5) スキーム 5 は第 1段階として (VII) とフェニルアミジン誘導体と反応させ化合物 (VII)

40 を実施例として具体的に述べるが、本発明はこれらだけによって限定されるものではない。

I) とし、第 2段階として (VII)D をクロル化剤と反応

させてクロル体 (IX)

とし、第 3段階として (IX) と金属

メルカプチド、金属アルコキシドまたはアミンと反応さ

せ、反応する本発明化合物 (IV) (R_c:SR¹ の場

合)、(V) (R_c:OR² の場合) または (X) (R_c:N(R³)-R⁴ の場合) を製造する方法を表す。

【0023】以下に本発明化合物および中間体の合成例

【実施例】

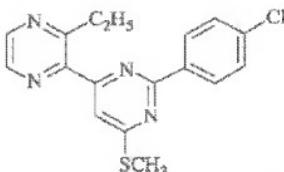
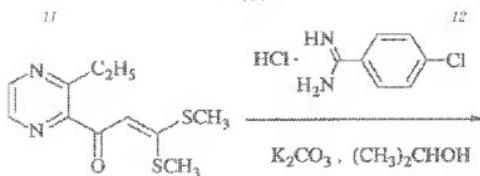
【実施例】(1) 2-(2-(4-クロロフェニル)-6-

メチルチオ-4-ピリミジニル)-3-エチルピラジン

の合成

【0024】

【化8】



【0026】3-エチル-2-(2,2-ビス(メチルオキ)ビニルカルボニル)ビラジン0.5gを油浴び4-クロロフェニルアミノ塩酸塩0.43gをイソプロパノール10mlに溶解し、無水酢酸リム0.47gを加えた。約15時間搅拌後、イソプロパノールを留去し、水を加え蒸餾して精製した。無水硫酸ナトリウムで乾燥後、酢酸エチルを留去し粗生成物を得た。これを熱湯クロマトグラフィー(溶媒:酢酸、クロロハ

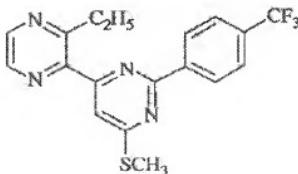
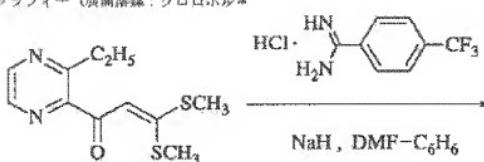
(b) にて蒸留精製を行ひ、目的物 0.25 g を得た。

20 100271 (实施期2)

3-エチル-2-[6-メチルチオ-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジル]ピラジン
の合成

100381

Edu Q.W.



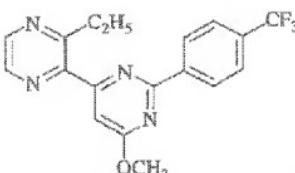
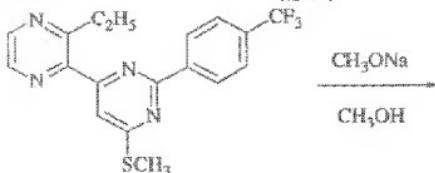
〔0029〕3-エチル-2-[2,2-ビス(メチルチオ)ビニルカルボニル]ピラジン0.5gおよび4-トリロロオスマルフェニルアミジン酸酢酸0.49gをベンゼン15ml、N-ジメチルホルムアミド2mlに溶解し、6.0%水素化ナトリウム0.21gを加え約2時間搅拌後、空容器で吸引して反応

終了後、水を加え静機工チルで抽出し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を留去し粗生成物を得た。これを薄層クロマトグラフィー(展開溶媒:クロロホルム)にて單離精製を行い、目的物0.25gを得た。

[0030] [实施例3]

3-エチル-2-[6-メトキシ-2-(4-トリフル

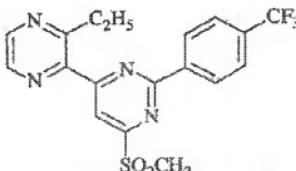
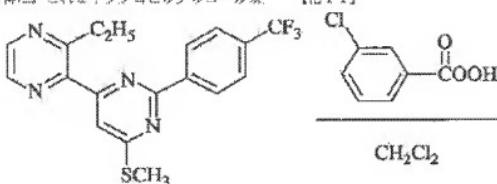
オロスマチルフェニル) - 4 - ピリミジンルビラジンの
合成 * 【0031】
【化10】



【0032】 3 - エチル - 2 - [6 - メチルデオ - 2 - (4 - トリフォルオロメチルフェニル) - 4 - ピリミジニル] ピラジン 0. 35 g をメタノール 1.5 ml に溶解し、ナトリウムメトキシド 0. 15 g を加えた。約 30 分間攪拌後、硝酸を除去しクロロホルムで抽出した。抽出液を水洗し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を留去し粗生成物を得た。これをイソプロピルアルコール塔

20 節で再結晶し、目的物 2.20 mg を得た。

【0033】 (実施例4)
2 - [6 - メチルスルホニル - 2 - (4 - トリフォルオロメチルフェニル) - 4 - ピリミジニル] - 3 - エチルピラジンの合成
【0034】
【化11】



【0035】 2 - [6 - メチルデオ - 2 - (4 - トリフォルオロメチルフェニル) - 4 - ピリミジニル] - 3 - エチルピラジン 0. 3 g を塩酸メタレン 2.0 ml に溶解し、氷冷下で m - クロロ過安息香酸 0. 42 g を加えた。室温で約 5 時間攪拌を続いた後、水を加えクロロホルムにて抽出した。抽出層を飽和亜硫酸ナトリウム水溶液、飽和尚酸水素ナトリウム水溶液の順で洗浄し、無水

硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を留去し残留物を薄層クロマトグラフィー (展開溶媒 クロロホルム : 酢酸エチル = 9 : 1) にて単離精製を行い、目的物 0. 25 gを得た。

【0036】 (実施例5)
2 - [6 - (N, N -ジメチルアミノ) - 2 - (4 - トリフォルオロメチルフェニル) - 4 - ピリミジニル] - 3 -

15

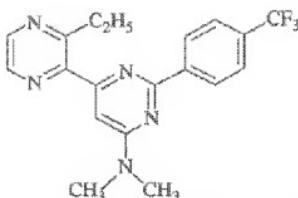
エチルピラジンの合成
【0037】



16

* [化12]

$(CH_3)_2NH$
 CH_3OH



【0038】
3-[6-スデルチオ-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジニル]-3-エチルピラジン 0.2 g を 1.8% ジメチルアミン-メタノール溶液 6 ml に溶解し、約 3 時間加熱還流した。メタノールを留去後、冷水 5 mm Hg を加え、析出した固体を濾取した。残られた粗結晶を薄層クロマトグラフィー (展開溶媒 クロロホルム : 酢酸エチル = 9 : 1) にて精製を行った。

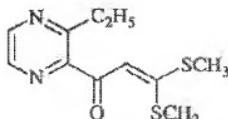
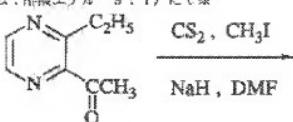
班原謙精製を行い、目的物 0.09 g を得た。

【0039】
【実施例 6】

3-エチル-2-(2, 2-ビス(メチルチオ)ビニルカルボニル)ピラジンの合成

【0040】

【化13】



【0041】
2-アセチル-3-エチルピラジン 5 g を
エチルヒドロキサン 4.55 g を 3-メチルホルムアミド 5.0
ml に溶解し、冰水にて 0°C まで冷却した。これに 6.0
ml 水素化ナトリウム 2.8 g をゆっくり加え 1 時間攪拌
した。次にジメチルホルムアミド 1.00 ml を加え、微
かにヨウ化メチル 1.2.3 g をゆっくりと滴下した。2
時間攪拌を続け、徐々に氷温までもどした後、冰水を加
え 3.0 分攪拌した。析出した粗結晶を濾取し、これを
水、n-ヘキサンで洗浄した後、ベンゼンに溶解して精

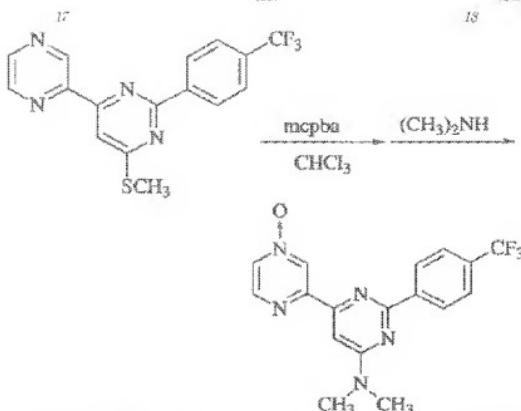
40 性炭處理した。ベンゼンを留去し再結晶 (ベンゼン-ヘ
キサン) により目的物 4.7 g を得た。

【0042】
【実施例 7】

2-[6-(N,N-ジメチルアミノ)-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジニル]ピラ
ジン 4-オキサイドの合成

【0043】

【化14】



【0044】2-[6-(メチルスルホニル)-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジニル]ピラジン 1. 2 g をクロロホルム 50 ml に溶解し、室温で in-クロロ過安息香酸 2. 4 g を加えた。溶液で一晩攪拌を続行した後、50%ジメチルアミン 15 ml を加え更に2時間攪拌した。反応溶液を水、飽和重碳酸ナトリウム水溶液、饱和炭酸水素ナトリウム水溶液、水の順に洗浄した。無水硫酸ナトリウムで乾燥後、濾液を留去し＊

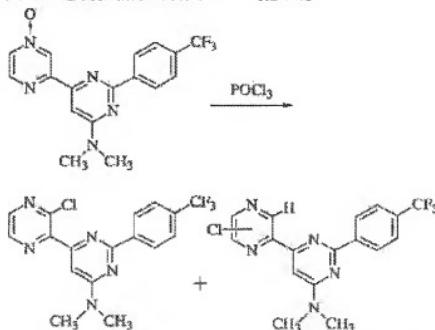
*た。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製を行い、目的物 0. 8 g を得た。

【0045】【実験例8】

3-クロロ-2-[6-(N,N-ジメチルアミノ)-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジニル]ピラジンの合成

【0046】

【化15】



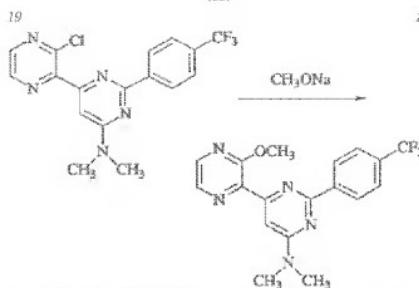
【0047】2-[6-(N,N-ジメチルアミノ)-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジニル]ピラジン 4-オキシサイド 0. 8 g 中にオキシ塩化リソ 1.0 m l を加え、1.0 ℃で 3 時間加熱搅拌を行った。過剰のオキシ塩化リソを減圧留去し、残留物に水を加え、クロロホルムで抽出した。抽出液を水洗し、無水硫酸ナトリウム乾燥後、濾液を留去した。残留物を粗画クロマトグラフィー (展開溶媒 クロロホルム : ヘキサン = 7 : 3) にて単離精製を行い、目的物 0. 15 g を得た。

【0048】【実験例9】

2-[6-(N,N-ジメチルアミノ)-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジニル] - 3-メトキシピラジンの合成

【0049】

【化16】



【0050】 3-クロロ-2-[6-(N,N-ジメチルアミノ)-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジル] ピラジン 8.0 mg をメタノール 1.0 ml に溶解し、ナトリウムストキンド 3.0 mg を加えた。2 時間攪拌後、溶液を漏斗し、残り物に水を加え、クロロホルムで抽出した。抽出液を水洗し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。濾液を除去後、濃縮クロマトグラフィー（展開溶媒：クロロホルム）で精製し、目的物 6.20

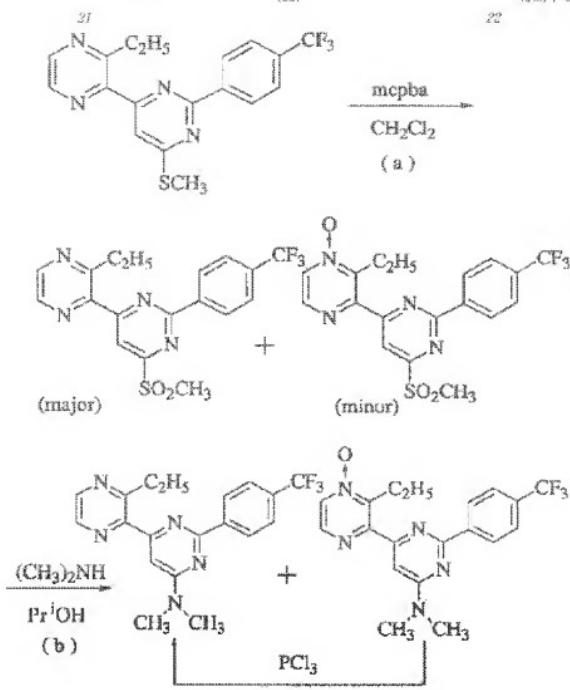
0 mg を得た。

【0051】 (実施例 10)

2-[6-(N,N-ジメチルアミノ)-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ビリミジル]-3-エチルピラジンの合成

【0052】

【化17】



【0053】(a) 2-[6-メチルアオ-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ピリミジニル]-3-エチルピラジン 3 g を塩化メチレン 1 ㍑ 0 m l に溶解し、 NaOAc 3 g を加えた。室温で 2 時間攪拌後、水 1 0 0 m l を加え、クロロホルムで抽出した。抽出層を水洗し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。得られた粗結晶はそのまま次の反応に用いた。

(b) (a) で得られた粗結晶をイソプロピルアルコール 2 0 0 m l に溶解し、50%ジメチルアミン水溶液 2 0 ㎖ 1 を加えた。3時間攪拌後溶媒を減圧留去した。残留物をクロロホルム 1 0 0 m l に溶解し、水洗後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。乾燥剤を濾別後、クロロホルムのまま次の反応に用いた。

40

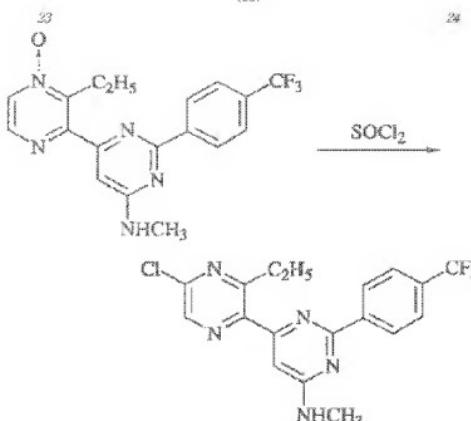
(c) (b) で得られた粗生成物のクロロホルム溶液中に三塩化リン 3 g を加え、3時間攪拌した。冰冷下で水 1 0 m l をゆっくり滴下した後、5%炭酸ナトリウム水溶液 5 0 m l を加えた。有機層を分離し、水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を減圧留去後シリカガルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：クロロホルム）で精製し、目的物 2, 1 g を得た。

【0054】(実施例 1.1)

5-クロロ-3-エチル-2-[6-メチルアミノ-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-4-ピリミジニル]ピラジンの合成

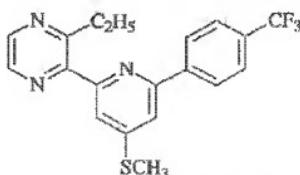
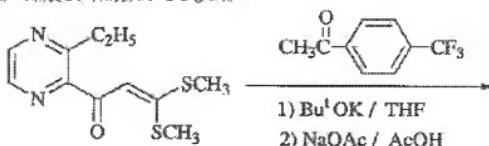
【0055】

【化18】



【0056】 2-(6-(N-メチルアミノ)-2-(トリフルオロメチルフェニル)-4-エチルピラジン-4-オキサイド 0.5 g 中に塩化チオニル 1.0 m l を加え、3 時間攪拌した。過剰の塩化チオニルを残す程度で、残剰物に水を加え、クロロホルムで抽出した。油状物を水洗し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶液を減圧蒸留クロマトグラフィー（展開溶媒：クロロホルム）で精製し、目的物 D. 2.5 gを得*。

【0057】 (実験例 12)
 3-エチル-2-(4-メチルチオ-6-(4-トリフルオロメチルフェニル)-2-ピリジル)ピラジンの合成
 【0058】
 【化 19】



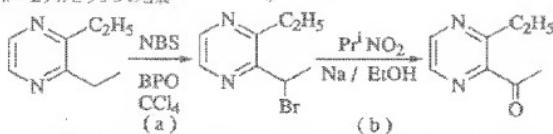
【0059】 4-トリフルオロアセトフェノン 0.45 g を 1.5 m l の THF (デトライドロフラン) に溶解し、カリウム-tert-ブトキシド 0.6 g を加え、室温で 30 分攪拌した。3-エチル-2-(2, 2-ビス(メチルチオ)ビニルカルボニル)ピラジン 0.5 g を加え、室温で 1 時間攪拌した。酢酸アンモニウム 5 g と

希酸 1.5 m l を加え、加熱しながら TiHF を漏去し、その後更に 8 時間 10 °C に加熱した。氷冷しながら 5 % 水酸化ナトリウム水溶液をアルカリ性になるまで加えた。酢酸エチルで抽出し、抽出液は水洗後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。溶液を留去後、薄層クロマトグラフィー（展開溶媒：クロロホルム）で精製し、目的物

0.2-3.0 x 10¹² g

10.08.01 (体操課 1-3)

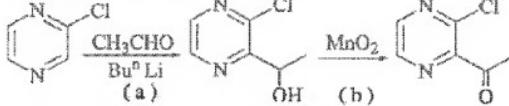
2=アキラ、3=モルピラシンの値域



【0062】(a) 2, 3-ジエチルピラジン2,3-g、N-ブロモスクシニミド30.34g、ベンゾルバーオキサイド37.70mgおよび過塩素酸3.70gの混合物を90分煮沸した。放冷後、不溶物を除き、溶液を減圧蒸去しB₁作用で薄茶色液体として39.34g得た。

(b) 脱水エタノール 200 ml に金属ナトリウム 4.23 g を落した溶液に、2-ニトロプロパン 20.1 g を 15 °C で徐々に加えた。滴下後、混合物を 20 °C で 30 分間攪拌した。得られた溶液の中心へ、B₂O₃ 体を探査棒下、徐々に加えた。2 時間攪拌後、放冷し、溶液を回収した後、酢酸アセチルを 10 ml に濃縮して、均一なソリューションを得た。

67) に就き、詳細で丁寧を以て論述し、筆はハーフレンジで細口風



[0065] (a) 脱水THF(テトラヒドロソラン)100mIに2, 2, 6, 6-テトラメチルビペリジン16. 5gを溶かし-70℃に冷却した。次にn-BuLi(n-ブチルリチウム) 7.1, 1.5mI(1. 5mol/1ヘキサン溶液)をゆっくりと滴下した。特に温度を0℃まで上げ、3. 0分攪拌後、再度-70℃まで冷やし、2-クロロビラジン10gを3. 0分かけ加熱した。1時間燃焼した後、アセトアルデヒド31. 43gを2. 0分かけて滴下し、そのまま1. 5時間燃焼を続けた。反応終了後、濃硫酸4. 0ml、エマルソール4. 0mlおよびTHF 1. 60mIの混合溶媒を加え、密室にもどした。炭酸水素ナトリウム水溶液で中和した後、有機溶媒を減圧留去しジクロロエタンで抽出した。無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。得られた粗物をガラクムクリップグランマー(展開管:クロロホルム)で精製し、3-クロロ-2-(ヒドロキシエチル)ビラジン6, 77gを得た(無色

* [0061]
[化2.0]

25

加熱した。有機層を飽和食塩水、飽和炭酸水素ナトリウム溶液、飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。得られた有機層をセライトを通して後、減圧下離析を除去し、振盪した。目的物 1.6、3 g を淡黄色液体として得た。

[0063] 沸点46.5-47.0℃/0.12-0.13mmHg

[实施例 14]

2-アセチル-

[0064]

20 [化2.1]

6

100

M

1000000000000000

OUR

液体)

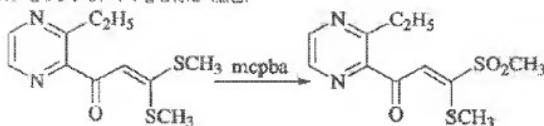
(5) 得られた3・クロロ-2-(1-ヒドロキシチオール) ピラジン-5, 6 g を 200 ml の脱水トルエンに溶かし、活性二硫化マンガン（中央電気工業（株）） 6.5 g を加え 1 時間加熱煮流した。塩基もどした後、セイドン吐きを行った。この時、得られた糊糊剤にトルエンを加え、10 分間煮流を行ない熱ろ過し、先ほどのら液と合わせて濾液を減圧留去した。得られた粗物をカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：クロロホルム）で精製し、目的物3・8 gを得た（白色結晶）。(m. p. 36-38°C)

[实施例 1-5]

40 3-エヌル-2-(2-メチルスルホニル-2-メチル チオビニルカルボニル) ピラジンの合成

[0066]

[化2.2]



27

28

【0067】 3-エチル-2-(1,2,2-ビス(メチルチオ)ビニルカルボニル)ピラジンをジクロロスタン-3-0-mに溶かし、水氷にて0℃に冷却した。次にm-クロロ硝安息香酸1.45gを少しづつ加え室温にて攪拌を行った。反応終了後、水を加えクロロホルムにて抽出後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し滤液を濾して留去した。粗物をカラムクロマトグラフィー(展開溶媒: クロロホルム)で精製し、目的物1.5gを得た。(m.p. 83-87℃)

前記実施例に準じて合成した本発明化合物及びピラジン-10

同属化合物の構造式および物性を総記実施例を含め第1

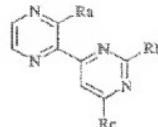
表、第3表及び第2-1表から第2-4表に示す。また中間体の構造と物性を第3-1表および第3-2表に示す。

*す。

【0068】 (第1表)

【0069】

【化23】



化合物No.	R a	R b	R c
1	H	4-C ₆ H ₅ -phenyl	SCH ₃
2	H	2-F-phenyl	SCH ₃
3	H	3-CH ₃ -phenyl	SCH ₃
4	CH ₃	4-C ₆ H ₅ -phenyl	SCH ₃
5	CH ₃	4-CF ₃ -phenyl	SCH ₃
6	C ₆ H ₅	4-C ₆ H ₅ -phenyl	SCH ₃
7	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	SCH ₃
8	C ₆ H ₅	2-F-phenyl	SCH ₃
9	C ₆ H ₅	3-CH ₃ -phenyl	SCH ₃
10	C ₆ H ₅	4-CH ₃ -phenyl	SCH ₃
11	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	SCH ₃
12	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	OCH ₃
13	C ₆ H ₅	3-pyridyl	SCH ₃
14	C ₆ H ₅	2-thienyl	SCH ₃
15	C ₆ H ₅	4-C ₆ H ₅ -phenyl	OCH ₃
16	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	OCH ₃
17	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	N(C ₂ H ₅) ₂
18	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	N(C ₂ H ₅) ₂
19	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	NHCOCH ₃
20	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	NHC ₆ H ₅
21	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	OCH ₂ H ₅
22	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	NH ₂
23	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	N(C ₂ H ₅) ₂

【0071】

〔第1表継ぎ〕

【表2】

化合物No.	R a	R b	R c
24	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	NHCH ₂ (CH ₃) ₂
25	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	pyrrolidinyl
26	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	morphino
27	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	OCH ₂ (CH ₃) ₂
28	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	NHC ₆ H ₅

29

			30
2.9	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	NHCC ₆ H ₅
3.0	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	SCH ₃
3.1	C ₆ H ₅	4-CF ₃ O-phenyl	SCH ₃
3.2	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	SOCH ₃
3.3	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	NHC≡CH
3.4	C ₆ H ₅	4-C(F ₃) ₂ -phenyl	N(C ₁₁ H ₂₄) ₂
3.5	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	NC≡C=CH
3.6	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂ CH ₃
3.7	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	X(4-CN-phenyl)CHO
3.8	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂ C ₆ H ₅
3.9	C ₆ H ₅	4-I-phenyl	N(CH ₃) ₂
4.0	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	NHNH ₂
4.1	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	X(4,6-dimethoxy-pyridine-2-yl)CHO
4.2	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	S(SO ₂ N(CH ₃) ₂)OC ₆ H ₅
4.3	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	N(phenyl)CHO
4.4	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	N(CH ₃) ₂ C ₆ H ₅

〔0072〕

* * * [表3]

(第1表摘要)

化合物No.	R a	R b	R c
4.5	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	NHN(CH ₃) ₂
4.6	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	SC≡CCH ₃
4.7	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	OH
4.8	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	OC(CH ₃) ₃
4.9	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	NHCOC ₆ H ₅
5.0	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	OCH ₃ CH ₂ OH
5.1	C ₆ H ₅	4-F-phenyl	N(CH ₃) ₂ Bu ²
5.2	C ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂
5.3	N(C ₆ H ₅) ₂	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂
5.4	OCH ₃	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂
5.5	NHCH ₃	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂
5.6	NHCC ₆ H ₅	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂
5.7	OCH(CH ₃) ₂	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂
5.8	OCH ₂ (CH ₃) ₂ CH ₃	4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂

〔0073〕

[表4]

(第2表)

化合物 No.	¹ H-NMR δ (ppm) (Solvent)	物理的性質
1	2.70 (s, 3H, SCH ₃), 7.39 (d, J=8Hz, 2H), 8.00 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8.43 (d, J=8Hz, 2H), 8.50~8.70 (m, 2H, Pyrazine ring), 9.61~9.78 (m, 1H, Pyrazine ring)	

31

32

	(CDCl ₃)	融点 167-168°C
2	2. 71 (s, 3H, SCH ₃), 8. 85~7. 81 (m, 3H), 8. 20 (s, 1H, Pyrimidine), 8. 20~8. 42 (m, 1H), 8. 55~8. 80 (m, 2H, Pyrazine ring), 9. 70~9. 90 (m, 1H, Pyrazine ring)	
	(CDCl ₃)	融点 118-120°C
3	2. 70 (s, 3H, SCH ₃), 2. 95 (s, 3H, CH ₃ , benzene ring), 7. 30~7. 75 (m, 3H), 8. 20 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8. 30~8. 65 (m, 1H), 8. 65~8. 90 (m, 2H, Pyrazine ring), 9. 90~10. 00 (m, 1H, Pyrazine ring)	
	(CDCl ₃)	融点 128-131°C

[0074]

* * * [表5]

〔第2表總合〕

化合物 No.	¹ H-NMR δ (ppm) (Solvent)	物理的性質
4	2. 60 (s, 3H, SCH ₃), 3. 01 (s, 3H, CH ₃ , pyrazine ring), 7. 30~7. 66 (m, 2H), 7. 80 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8. 31~8. 68 (m, 4H)	
	(CDCl ₃)	融点 143-144°C
5	2. 72 (s, 3H, SCH ₃), 3. 10 (s, 3H, CH ₃ , pyrazine ring), 7. 60~7. 93 (m, 3H), 8. 45~8. 82 (m, 4H)	
	(CDCl ₃)	融点 146-150°C
6	1. 41 (t, J=7Hz, 3H, CH ₃ CH ₂), 2. 75 (s, 3H, SCH ₃), 3. 33 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 7. 33~7. 88 (m, 3H), 8. 30~8. 78 (m, 4H)	
	(CDCl ₃ -DMSO-d ₆)	融点 114-117°C

[0075]

[表6]

〔第2表總合〕

化合物 No.	¹ H-NMR δ (ppm) (Solvent)	物理的性質
7	1. 37 (t, J=7Hz, 3H, CH ₃ CH ₂), 2. 66 (s, 3H, SCH ₃), 3. 28 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 6. 80~7. 17 (m, 2H),	

33

34

	7. 5.9 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8. 2.2~8. 4.9 (m, 4H) (CDCl ₃)	7. 5.9 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8. 2.2~8. 4.9 (m, 4H) (CDCl ₃)
8	1. 3.6 (t, J=8Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 2. 6.8 (s, 3H, SCH ₃), 3. 3.5 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 6. 9.3~7. 5.0 (m, 3H), 7. 7.0 (s, 1H, Pyrimidine ring), 7. 9.5~8. 4.0 (m, 1H), 8. 5.2 (d, J=6Hz, 1H), 8. 5.6 (d, J=6Hz, 1H) (CDCl ₃)	1. 3.6 (t, J=8Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 2. 6.8 (s, 3H, SCH ₃), 3. 3.5 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 6. 9.3~7. 5.0 (m, 3H), 7. 7.0 (s, 1H, Pyrimidine ring), 7. 9.5~8. 4.0 (m, 1H), 8. 5.2 (d, J=6Hz, 1H), 8. 5.6 (d, J=6Hz, 1H) (CDCl ₃)

融点 6.9~7.0°C

[0076]

* * [表7]

(第2表綱要)

化合物 No.	溶剂 (Solvent)	物理的性質
9	1. 5.0 (t, J=8Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 2. 5.5 (s, 3H, CH ₃ , benzene ring), 2. 8.0 (s, 3H, SCH ₃), 3. 4.0 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 7. 1.0~7. 5.0 (m, 2H), 7. 2.0 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8. 1.0~8. 4.6 (m, 2H), 8. 3.9 (d, J=6Hz, 1H), 8. 4.4 (d, J=6Hz, 1H) (CDCl ₃)	融点 8.8~8.9°C
10	1. 4.4 (t, J=8Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 2. 4.4 (s, 3H, CH ₃ , benzene ring), 2. 7.1 (s, 3H, SCH ₃), 3. 3.5 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 7. 3.1 (d, J=8Hz, 2H), 7. 7.2 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8. 2.5~8. 7.0 (m, 4H) (CDCl ₃)	融点 9.5~9.7°C

[0077]

[表8]

(第2表綱要)

化合物 No.	溶剂 (Solvent)	物理的性質
11	1. 3.8 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 2. 6.9 (s, 3H, SCH ₃), 3. 2.9 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 7. 5.5~7. 6.8 (m, 3H), 8. 8.5~8. 5.7 (m, 4H) (CDCl ₃)	融点 8.0~8.1°C

35

36

1.2	1. 3.9 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3), 3. 2.8 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3), 4. 1.2 (s, 3H, OCCH_3), 7. 2.4 (s, 1H, Pyrimidine ring), 7. 6.6 (d, 2H), 8. 3.9~8. 6.0 (m, 4H) (CDCl_3)	融點 10.6~10.7°C
1.3	1. 7.0 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3), 3. 0.0 (s, 3H, SCH_3), 3. 6.1 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3), 7. 4.2~7. 8.5 (m, 1H), 8. 0.2 (s, 1H, Pyrimidine ring), 8. 5.5~9. 1.0 (m, 4H), 9. 8.0~10. 0.5 (m, 1H) (CDCl_3)	融點 10.4~10.8°C

[0078]

* * * [表9]

(第2表總合)

化合物 No.	$^1\text{H-NMR}$ δ (ppm) (Solvent)	物理的性質
1.4	1. 4.5 (t, $J=8\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3), 2. 7.1 (s, 3H, SCH_3), 3. 3.5 (q, $J=8\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3), 7. 0.0~7. 6.2 (m, 2H), 7. 7.1 (s, 1H, Pyrimidine ring), 7. 4.9~8. 2.0 (m, 1H), 8. 4.2~8. 7.0 (m, 2H) (CDCl_3)	融點 6.0~6.4°C
1.5	1. 4.3 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3), 3. 3.2 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3), 4. 2.1 (s, 3H, OCCH_3), 7. 1.8~7. 6.7 (m, 3H), 8. 4.2~8. 7.0 (m, 4H) (CDCl_3)	融點 10.6~10.7°C
1.6	1. 3.5 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3), 3. 2.6 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3), 4. 0.0 (s, 3H, OCCH_3), 7. 0.6~7. 2.1 (m, 3H) 8. 4.6~8. 5.8 (m, 4H) (CDCl_3)	融點 8.5~8.7°C

[0079]

[表10]

(第2表總合)

化合物 No.	$^1\text{H-NMR}$ δ (ppm) (Solvent)	物理的性質
1.7	1. 3.6 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3), 3. 2.0 (s, 6H, NCH_2), 3. 2.2 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3), 6. 8.7 (s, 1H, Pyrimidine ring),	

37

38

7. 5.0~7. 6.3 (m, 2H), 7. 7.9~8. 5.2 (m, 4H) (CDCl ₃)	融点 111~112°C
1.8 1. 3.6 (t, J=8Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃), 3. 1.9 (s, 6H, NCH ₃), 3. 2.5 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 6. 8.3 (s, 1H, Pyridine ring), 6. 9.8~7. 1.7 (m, 2H), 8. 2.5~8. 5.0 (m, 4H) (CDCl ₃)	融点 8.8~8.9°C

[0080]

* * * [表11]

(第2表続表)

化合物 ¹ H-NMR δ (ppm)	物理的性質
No. (Solvent)	
1.9 1. 3.9 (t, J=8Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 3. 1.1 (d, J=5Hz, 3H, NHCH ₃) 3. 3.1 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃) 5. 2.8 (br d, J=5Hz, 1H, NHCH ₃) 6. 9.0 (s, 1H, Pyridine ring) 7. 7.2 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 4.9 (d, J=2Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 5.7 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 6.9 (d, J=2Hz, 1H, Pyrazine ring) (CDCl ₃)	融点 8.1~8.2°C
2.0 1. 3.6 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 2. 9.9 (d, J=5Hz, 3H, NHCH ₃) 3. 2.6 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃) 5. 4.3 (br d, J=5Hz, 1H, NHCH ₃) 6. 7.3 (s, 1H, Pyridine ring) 6. 9.0~7. 2.1 (m, 2H, Benzene ring) 8. 2.3~8. 3.6 (m, 2H, Benzene ring) 8. 3.8~8. 4.7 (m, 2H, Pyrazine ring) (CDCl ₃)	融点 5.7~5.9°C

[0081]

[表12]

(第2表続表)

化合物 ¹ H-NMR δ (ppm)	物理的性質
No. (Solvent)	
2.1 1. 3.8 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 1. 4.0 (t, J=7Hz, 3H, OCH ₂ CH ₃) 3. 2.7 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 4. 5.8 (q, J=7Hz, 2H, OCH ₂ CH ₃) 7. 1.8 (s, 1H, Pyridine ring) 7. 6.4 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 4.9 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 3.7~8. 5.2 (m, 2H, Pyrazine ring)	

39

40

〔CDCl ₃ 〕	融点 9.7 - 9.8°C
2.2 1.37 (t, J=8Hz, 3H, CH ₂ CH ₃)	
3.28 (q, J=8Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)	
5.13 (br s, 2H, NHs)	
6.84 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7.62 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)	
8.95~8.53 (m, 2H, Pyrazine ring)	
8.39~8.51 (m, 2H, Benzene ring)	
〔CDCl ₃ 〕	融点 10.3 - 10.5°C

〔0082〕

* * * [表13]

(第2表続々)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No.

〔Solvent〕

物理的性質

2.3 1.28 (t, J=7Hz, 6H, N(CH ₂ CH ₃) ₂)	
1.39 (t, J=7Hz, 3H, φCH ₂ CH ₃)	
3.23 (q, J=7Hz, 2H, φCH ₂ CH ₃)	
3.62 (s, J=7Hz, 4H, N(CH ₂ CH ₃) ₂)	
6.82 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7.58 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring)	
8.35 (d, J=2Hz, 1H, Pyrazine ring)	
8.44 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring)	
8.44 (d, J=2Hz, 1H, Pyrazine ring)	
〔CDCl ₃ 〕	o.i.i

2.4 1.29 (d, J=6Hz, 6H, CH ₂ (CH ₃) ₂)	
1.40 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₃)	
3.29 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)	
4.15 (m, 1H, CH ₂ (CH ₃) ₂)	
5.15 (br d, J=7Hz, 1H, NHCH ₂ (CH ₃) ₂)	
6.82 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7.64 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring)	
8.40 (d, J=2Hz, 1H, Pyrazine ring)	
8.51 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring)	
8.51 (d, J=2Hz, 1H, Pyrazine ring)	
〔CDCl ₃ 〕	o.i.i

〔0083〕

[表14]

(第2表続々)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No.

〔Solvent〕

物理的性質

2.5 1.34 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₃)	
2.03 (m, 4H, Pyrrolidine ring)	
3.24 (e, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)	
3.61 (m, 4H, Pyrrolidine ring)	
6.75 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7.61 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring)	

47

42

8. 3.5~8. 5.0 (m, 2H, Pyrazine ring)	
8. 5.0 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)	
(CDCl ₃)	融點 125~127°C
2.8 1. 3.7 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₃)	
3. 2.6 (q, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)	
3. 7.9 (s, 8H, Morpholine ring)	
7. 0.2 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7. 6.1 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)	
8. 3.5~8. 5.0 (m, 2H, Pyrazine ring)	
8. 4.4 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)	
(CDCl ₃)	融點 151~153°C

[0084]

* * * [表 1.5]

〔第2表統計〕

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

2.7 1. 4.6 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₃)	
1. 4.8 (d, $J=8$ Hz, 6H, OCH(CH ₃) ₂)	
3. 2.5 (c, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)	
5. 5.4 (m, 1H, OCH(CH ₃) ₂)	
7. 1.4 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7. 6.3 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)	
8. 3.5~8. 5.0 (m, 2H, Pyrazine ring)	
8. 5.0 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)	
(CDCl ₃)	融點 9.5~9.6°C
2.8 1. 2.5 (t, $J=7$ Hz, 3H, NHCH ₂ CH ₃)	
1. 3.6 (t, $J=7$ Hz, 3H, φCH ₂ CH ₃)	
3. 2.5 (q, $J=7$ Hz, 2H, φCH ₂ CH ₃)	
3. 4.3 (m, 2H, NHCH ₂ CH ₃)	
5. 1.9 (br t, $J=5$ Hz, 1H, NHCH ₂ CH ₃)	
6. 7.7 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7. 6.0 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)	
8. 3.5 (d, $J=2$ Hz, 1H, Pyrazine ring)	
8. 4.4 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)	
8. 4.6 (d, $J=2$ Hz, 1H, Pyrazine ring)	
(CDCl ₃)	融點 9.4~9.6°C

[0085]

40 [表 1.6]

〔第2表統計〕

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

2.9 1. 5.2 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₃)	
1. 6.2 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₃)	
3. 5.1 (q, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)	
3. 6.4 (c, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)	
5. 3.0 (br s, 1H, NH)	

43

44

6. 9.6 (s, 1H, Pyrimidine ring)	融点 18.0-18.3°C
6. 8.8~7. 3.3 (m, 2H)	
8. 1.8~8. 6.3 (m, 4H, Aroma)	
(CDCl ₃)	
3.0 1. 3.7 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃)	
2. 6.8 (s, 3H, SCH ₃)	
3. 2.8 (q, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₂ CH ₃)	
7. 1.8 (s, 1H, Pyrimidine ring)	
7. 7.3 (d, $J=7$ Hz, 2H, Benzene ring)	
8. 1.5 (d, $J=7$ Hz, 2H, Benzene ring)	
8. 4.0~8. 5.2 (m, 2H, Pyrazine ring)	
(CDCl ₃)	融点 10.8-10.9°C

[0086]

* * * [表1.7]

(第2表統合)

化合物 No.	¹ H-NMR δ (ppm) [Solvent]	物理的性質
3.1	1. 3.8 (t, $J=8$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 2. 9.6 (s, 3H, SCH ₃) 3. 2.8 (q, $J=8$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 7. 2.5 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring) 7. 6.7 (s, 1H, Pyrimidine ring) 8. 3.0~8. 5.2 (m, 2H, Pyrazine ring) 8. 4.5 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring) (CDCl ₃)	o.i.
3.2	1. 4.6 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 3. 0.2 (s, 3H, CH ₃) 3. 4.0 (q, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 7. 0.0~7. 4.0 (m, 3ID) 8. 3.0~9. 8.0 (m, 4ID) (CDCl ₃)	融点 16.1-16.3°C

[0087]

[表1.8]

(第2表統合)

化合物 No.	¹ H-NMR δ (ppm) [Solvent]	物理的性質
3.3	1. 3.5 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 3. 2.3 (q, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₂ CH ₃) 3. 8.5~4. 3.0 (m, 2ID) 4. 9.0~6. 3.5 (m, 1ID) 4. 9.0~5. 5.0 (m, 2ID) 5. 5.0~6. 3.5 (m, 1ID) 6. 7.2 (s, 1H, Pyrimidine ring) 7. 0.7 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring) 8. 1.0~8. 5.5 (m, 4H, Benzene + Pyrazine rings) (CDCl ₃)	ガラス状

250°Cで分解

【0088】

10【表19】

(第2表統合)

化合物 No.	$^1\text{H-NMR}$ δ (ppm) [Solvent]	物理的性質
35	1. 37 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3) 2. 25 (t, $J=3\text{Hz}$, 1H, $\text{C}\equiv\text{CH}$) 3. 28 (s, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3) 4. 31 (dd, $J=6, 3\text{Hz}$, 2H, $\text{NHCH}_2\text{C}\equiv\text{H}$) 5. 28 (br s, $J=6\text{Hz}$, 1H, $\text{NHCH}_2\text{C}\equiv\text{H}$) 6. 85 (s, 1H, Pyrimidine ring) 7. 12 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring) 8. 17~8. 63 (m, 4H, Benzene + Pyrazine rings) (CDCl_3)	融点 126-127. 5°C
36	1. 37 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3) 3. 28 (s, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3) 3. 36 (s, 3H, $\text{N}(\text{H})_3\text{C}_2\text{H}_5$) 3. 98 (br s, 2H, $\text{N}(\text{H})_3\text{C}_2\text{H}_5$) 7. 31 (s, 1H, Pyrimidine ring) 7. 57 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring) 8. 30~8. 58 (m, 2H, Pyrazine ring) 8. 43 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring) (CDCl_3)	融点 117-119°C

【0089】

【表20】

(第2表統合)

化合物 No.	$^1\text{H-NMR}$ δ (ppm) [Solvent]	物理的性質
37	1. 40 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_3) 3. 33 (s, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_3) 7. 00~7. 40 (m, 3H) 7. 57 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, p-CN-Benzene ring) 7. 95 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, p-CN-Benzene ring) 8. 15~8. 65 (m, 4H, Aroma) 9. 82 (br s, 1H, $-\text{CHO}$) (CDCl_3)	融点 265-266°C
38	1. 25 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, $\text{N}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_3$) 1. 39 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, $\phi\text{CH}_2\text{CH}_3$)	

47

48

3. 19 (s, 3H, N (CH ₃) CH ₂ CH ₃)
3. 28 (q, J=7Hz, 2H, ϕ CH ₂ CH ₃)
3. 73 (q, J=7Hz, 2H, N (CH ₃) CH ₂ CH ₃)
6. 90 (s, 1H, Pyridine ring)
7. 61 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
8. 34~8. 48 (m, 2H, Pyrazine ring)
8. 46 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
(CDCl ₃)

o.p.t.

[0090]

10 [表21]

(第2表總合)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

3.9 1. 35 (t, J=7Hz, 3H, CH ₃ CH ₂)
3. 19 (s, 6H, N (CH ₃) ₂)
3. 26 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)
6. 87 (s, 1H, Pyridine ring)
7. 69 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
8. 14 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
8. 35 (d, J=3Hz, 1H, Pyrazine ring)
8. 46 (d, J=3Hz, 1H, Pyrazine ring)
(CDCl ₃)

融點 128~129°C

4.0 1. 37 (t, J=7Hz, 3H, CH ₃ CH ₂)
3. 27 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃)
3. 97 (br, 2H, NHNH ₂)
6. 48 (br, 1H, NHNNH ₂)
7. 17 (s, 1H, Pyridine ring)
7. 62 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
8. 37~8. 54 (m, 2H, Pyrazine ring)
8. 46 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
(CDCl ₃)

融點 136~138°C

[0091]

[表22]

(第2表總合)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

4.1 1. 40 (t, J=7. 5Hz, 2H, CH ₂ CH ₂)
3. 35 (q, J=7. 5Hz, 2H, CH ₂ CH ₂)
3. 90 (s, 6H, OCH ₃)
5. 65 (s, 1H, -CH---di-MeO-Pyrimidine ring)
7. 12 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
7. 93 (br, s, 1H, di-methyl Pyrimidine ring)
8. 16~8. 60 (m, 4H, Benzene + Pyrazine rings)
8. 90 (s, 1H, -CHO)
(CDCl ₃)

融點 183~190°C

4.2 1. 05~1. 65 (m, 6H, - ϕ CH ₂ CH ₃ , -OCH ₂ CH ₃)
--

49

50

2. 9.7 (s, 6H, N-CH₃)
 3. 2.7 (q, J=7Hz, 2H, φCH₂-CH₃)
 4. 2.3 (q, J=7Hz, 2H, OCH₂-CH₃)
 7. 1.3 (d, J=9Hz, 2H, Benzene ring)
 7. 7.4 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 8. 2.9~8. 6.0 (m, 4H, Benzene + Pyrazine rings)
 (CDCl₃)

o.i.l

[0092]

* * [表23]

(第2表範例)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

- 4.3 1. 3.6 (t, J=7Hz, 3H, CH₂-CH₃)
 3. 2.5 (q, J=7Hz, 2H, CH₂-CH₃)
 6. 8~7. 6 (m, 8H, Benzene + p-F-Benzene rings)
 8. 1.5~8. 6.0 (m, 4H, Pyrazine + p-F-Benzene rings)
CHO (不明)
 (CDCl₃) 融點 11.9~12.2°C
 4.4 1. 3.5 (t, J=7Hz, 3H, CH₂-CH₃)
 3. 2.5 (q, J=7Hz, 2H, CH₂-CH₃)
 3. 4.1 (s, 3H, N-CH₃)
 4. 1.7 (br, 2H)
 7. 1.2 (d, J=8, 5Hz, 2H, Benzene ring)
 7. 2.5 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 8. 2.5~8. 5.0 (m, 4H, Benzene + Pyrazine rings)
 (CDCl₃) 融點 11.0~11.8°C
 4.5 1. 3.8 (t, J=8Hz, 3H, CH₂-CH₃)
 3. 2.7 (s, 6H, N-(CH₃)₂)
 3. 3.0 (q, J=8Hz, 2H, CH₂-CH₃)
 6. 8.0~7. 4.0 (m, 3H)
 8. 2.1~8. 8.9 (m, 4H)
NH (不明)
 (CDCl₃) 融點 8.0~8.2°C

[0093]

[表24]

(第2表範例)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

- 4.6 1. 2.5 (t, J=7Hz, 3H, CH₂-CH₃)
 1. 3.8 (t, J=8Hz, 3H, CH₂-CH₃)
 3. 3.1 (q, J=7Hz, 2H, φCH₂-CH₃)
 4. 2.0 (q, J=8Hz, 2H, OCH₂-CH₃)
 7. 1.5 (m, 2H, Benzene ring)
 7. 7.2 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 8. 8.7~8. 5.1 (m, 4H, Benzene + Pyrazine rings)
 (CDCl₃) 融點 7.8~8.0°C

51

52

4.7 1, 3.7 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_2)
 3, 1.9 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_2)
 7, 0.3 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 7, 7.0 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)
 8, 3.5 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)
 6, 3.7 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)
 8, 4.9 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)
 14, 0.0 (b r, 1H, OH)

[CDCl_3]

融点 210-211°C

【0094】

* * * 【表2.5】

(第2表続表)

化合物 $^1\text{H-NMR}$ δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

4.8 1, 4.0 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_2)
 1, 7.6 (s, 9H, $\text{C}(\text{CH}_3)_3$)
 3, 3.0 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_2)
 7, 1.9 (s, 1H, Pyridinyl ring)
 7, 7.2 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)
 8, 4.3~8, 5.9 (m, 2H, Pyrazine ring)
 8, 5.5 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)
 [CDCl_3] 融点 113-115°C
 4.9 1, 3.5 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_2)
 2, 2.4 (s, 3H, CH_3)
 3, 2.0 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_2)
 7, 0.2 (t, $J=8, 5\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)
 8, 0.0~8, 6.0 (m, 5H)
 [CDCl_3] 融点 142-144°C
 5.0 融点 144-145°C

【0095】

【表2.6】

(第2表続表)

化合物 $^1\text{H-NMR}$ δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

5.1 0, 7.1~1, 8.7 (m, 7H)
 1, 3.8 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, CH_2CH_2)
 3, 1.6 (s, 3H, NCH_3)
 3, 2.6 (q, $J=7\text{Hz}$, 2H, CH_2CH_2)
 3, 6.7 (t, $J=7\text{Hz}$, 2H, NCH_3)
 6, 8.1 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 7, 0.6 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)
 8, 2.8~8, 5.2 (m, 4H, Benzene + Pyrazine rings)
 [CDCl_3] o.i.
 5.2 3, 2.8 (s, 6H, $\text{N}(\text{CH}_3)_2$)
 6, 8.9 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 7, 6.0 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)

53

54

8. 4.4 (s, $J=3\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 5.8 (d, $J=3\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 6.0 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)[(CDCl₃),] 融点 154-155°C

[0096]

* * 【表27】

(第2表续表)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性质

53 2. 9.4 (s, 6H, Pyrazine-N(CH₃)₂)3. 2.4 (s, 6H, Pyrimidine-N(CH₃)₂)

6. 9.6 (s, 1H, Pyrimidine ring)

7. 6.6 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)7. 9.4 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 0.6 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 5.4 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)[(CDCl₃),] 融点 158-160°C54 3. 2.2 (s, 6H, N(CH₃)₂)4. 0.3 (s, 3H, OCH₃)

6. 9.4 (s, 1H, Pyrimidine ring)

7. 6.2 (d, $J=7\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)8. 1.0 (d, $J=3\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 2.4 (d, $J=3\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 5.4 (d, $J=7\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)[(CDCl₃),] o.i.

[0097]

【表28】

(第2表续表)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性质

55 3. 1.8 (d, $J=5\text{Hz}$, 3H, NHCH₂)3. 3.3 (s, 6H, N(CH₃)₂)

7. 2.7 (s, 1H, Pyrimidine ring)

7. 6.1 (d, $J=7\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)7. 8.4 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)7. 1.4 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 4.5 (d, $J=7\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)9. 8.0 (br, 1H, NHCH₂)[(CDCl₃),] 融点 153-155°C56 1. 4.0 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, NHCH₂CH₃)3. 1.9 (s, 6H, N(C₂H₅)₂)3. 5.5 (m, 2H, NHCH₂CH₃)

7. 2.2 (s, 1H, Pyrimidine ring)

7. 4.8 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, Benzene ring)7. 7.7 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)8. 0.6 (d, $J=2\text{Hz}$, 1H, Pyrazine ring)

55

8. 3.9 (*s*, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)
 9. 7.7 (*b,r*, 1H, NHCH₂ CH₃)
 (CDCl₃)

56

融点149-151°C

[0098]

* * [表29]

(第2表報告)

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (Solvent)

物理的性質

5.7	1. 4.1 (d, $J=7$ Hz, 6H, OCH(CH ₃) ₂) 3. 2.2 ('e, 6H, N(CH ₃) ₂) 5. 4.3 (m, 1H, OCH(CH ₃) ₂) 7. 0.6 (s, 1H, Pyridine ring) 7. 1.5 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring) 8. 0.6~8. 5.8 (m, 2H, Pyrazine ring) 8. 5.9 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring) (CDCl ₃)	融点125-128°C
5.8	0. 9.8~2. 1.2 (m, 7H, OCH ₂ CH ₂ CH ₃ CH ₃) 3. 2.2 (s, 6H, N(CH ₃) ₂) 4. 4.0 (t, $J=6$ Hz, OCH ₂ CH ₂ CH ₃ CH ₃) 7. 0.0 (s, 1H, Pyrimidine ring) 7. 5.9 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring) 8. 0.5 (d, $J=2$ Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 2.1 (d, $J=2$ Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 5.8 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring) (CDCl ₃)	融点125-128°C

o.i.

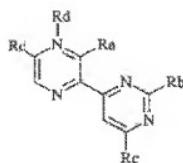
[0099] (32-12)

[0101]

[0100]

37 [表30]

[化24]



化合物 No. Ra, Rb, Rc ; 其の置換基 (Rd, Re)

3.01	C ₆ H ₅ ,	4-CF ₃ -phenyl,	NH ₂ CH ₂	: Re=Cl,	Rd=無し
3.02	C ₆ H ₅ ,	4-CF ₃ -phenyl,	NH ₂ CH ₂	: Re=H,	Rd=O
3.03	C ₆ H ₅ ,	4-CF ₃ -phenyl,	worphorin	: Re=H,	Rd=O
3.04	C ₆ H ₅ ,	4-CF ₃ -phenyl,	NH ₂ CH ₂ H ₂	: Re=H,	Rd=O
3.05	H,	4-CF ₃ -phenyl,	N (C ₆ H ₅) ₂	: Re=H,	Rd=O
3.06	C ₆ H ₅ ,	4-CF ₃ -phenyl,	N (CH ₃) ₂ CH ₂	: Re=H,	Rd=O
3.07	C ₆ H ₅ ,	4-CF ₃ -phenyl,	OCH ₂ CH ₂ OH	: Re=H,	Rd=O

57

3 0 8	H , 4-Cl-phenyl , N (CH ₂) ₂ ; Re=OCH ₃ , Rd=無し
3 0 9	H , 4-Cl-phenyl , N (CH ₂) ₂ ; Re=NH ₂ -Rd , Rd=無し
3 1 0	H , 4-Cl-phenyl , N (CH ₂) ₂ ; Re=NHCH ₃ , Rd=無し

[0102]

* * * [表3-1]

〔第2-2表〕

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (S o l v e n t)

物理的性質

3 0 1	1. 3.8 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₃) 3. 0.3 (d, J=5Hz, 3H, NHCH ₃) 3. 2.8 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃) 5. 2.3 (br d, J=5Hz, 1H, NHCH ₃) 6. 8.2 (s, 1H, Pyridine ring) 7. 6.0 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 4.1 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 4.6 (s, 1H, Pyrazine ring) (CDCl ₃)	α 1.1
3 0 2	1. 4.3 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₃) 3. 1.9 (br, 3H, NHCH ₃) 3. 2.6 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃) 5. 4.2 (br, 1H, NHCH ₃) 6. 8.6 (s, 1H, Pyridine ring) 7. 7.1 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 2.2 (d, J=4Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 3.7 (d, J=4Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 6.6 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) (CDCl ₃)	融点151-153℃

[0103]

[表3-2]

〔第2-2表総合〕

化合物 ¹H-NMR δ (ppm)

No. (S o l v e n t)

物理的性質

3 0 3	1. 4.1 (t, J=7Hz, 3H, CH ₂ CH ₃) 3. 2.4 (q, J=7Hz, 2H, CH ₂ CH ₃) 3. 7.1 (s, 8H, Morpholine ring) 6. 9.9 (s, 1H, Pyrimidine ring) 7. 6.3 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) 8. 3.0 (d, J=4Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 2.7 (d, J=4Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 4.5 (d, J=8Hz, 2H, Benzene ring) (CDCl ₃)	融点9.4-9.6℃
3 0 4	1. 3.1 (t, J=7Hz, 3H, NHCH ₂ CH ₃) 1. 4.3 (t, J=7Hz, 3H, φCH ₂ CH ₃) 3. 2.1 (q, J=7Hz, 2H, φCH ₂ CH ₃) 3. 5.4 (m, 2H, NHCH ₂ CH ₃) 5. 1.3 (br, 1H, NHCH ₂ CH ₃)	

59

60

6. 73 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 7. 59 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring)
 8. 07 (d, $J=4$ Hz, 1H, Pyrazine ring)
 8. 24 (d, $J=4$ Hz, 1H, Pyrazine ring)
 8. 43 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring)
 (CDCl₃)

融点 19.9-20.1°C

[0104]

* * [表3-3]

(第3-2表続き)

化合物	¹ H-NMR δ (ppm)	
No.	(Solvent)	物理的性質

- 305 3. 27 (s, 6H, N(CH₃)₂)
 7. 44 (s, 1H, Pyridine ring)
 7. 71 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring)
 8. 10~8. 50 (m, 2H, Pyrazine ring)
 8. 51 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring)
 9. 30 (s, 1H, Pyrazine ring)
 (CDCl₃) 融点 20.1-20.2°C
 306 1. 27 (t, $J=7$ Hz, 3H, N(CH₃)CH₂CH₃)
 1. 39 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH₂CH₂CH₃)
 3. 20 (q, $J=7$ Hz, 2H, N(CH₃)CH₂CH₂CH₃)
 3. 21 (q, $J=7$ Hz, 2H, CH₂CH₂CH₃)
 6. 85 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 7. 62 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)
 8. 10 (d, $J=4$ Hz, 1H, Pyrazine ring)
 8. 28 (d, $J=4$ Hz, 1H, Pyrazine ring)
 8. 47 (d, $J=8$ Hz, 2H, Benzene ring)
 (CDCl₃) o.i.l.

[0105]

* * [表3-4]

(第3-2表續き)

化合物	¹ H-NMR δ (ppm)	
No.	(Solvent)	物理的性質

- 307
 308 3. 19 (s, 6H, N(CH₃)₂)
 4. 00 (s, 3H, OCH₃)
 7. 25 (s, 1H, Pyrimidine ring)
 7. 64 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring)
 8. 23 (s, 1H, Pyrazine ring)
 8. 67 (d, $J=9$ Hz, 2H, Benzene ring)
 9. 24 (s, 1H, Pyrazine ring)
 (CDCl₃) 融点 17.4-17.5°C

[0106]

[表3-5]

(第2-2表続き)

化合物 $^1\text{H-NMR}$ δ (ppm)
No. [Solvent]

物理的性質

309	1. 3.0 (t, $J=7\text{Hz}$, 3H, NHCH_2CH_2) 3. 1.9 (s, 6H, $\text{N}(\text{CH}_2)_2$) 3. 4.2 (c, $J=7\text{Hz}$, 2H, NHCH_2CH_2) 4. 7.1 (br, 1H, NHCH_2CH_2) 7. 2.9 (s, 1H, Pyridine ring) 7. 6.9 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, Benzene ring) 7. 9.3 (s, 1H, Pyrazine ring) 8. 6.2 (d, $J=8\text{Hz}$, 2H, Benzene ring) 9. 0.1 (s, 1H, Pyrazine ring) (CDCl_3)	融点 183-185°C
310	3. 0.3 (d, $J=5\text{Hz}$, 3H, NHCH_2) 3. 2.3 (s, 6H, $\text{N}(\text{CH}_2)_2$) 4. 6.5 (br, 1H, NHCH_2) 7. 3.2 (s, 1H, Pyrimidine ring) 7. 6.8 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring) 7. 9.1 (s, 1H, Pyrazine ring) 8. 5.7 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Benzene ring) 8. 9.6 (s, 1H, Pyrazine ring) (CDCl_3)	融点 199-201°C

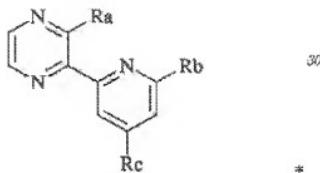
【0107】(第2-3dk)

*【0109】

【0108】

【表36】

【化25】



*

化合物No.	R a	R b	R c
401	CH_3	4-CF ₃ -phenyl	SCH_3
402	CH_3	4-CI-phenyl	SCH_3
403	C_6H_5	4-Cl-phenyl	SCH_3
404	C_6H_5	4-F-phenyl	SCH_3
405	C_6H_5	4-CF ₃ -phenyl	SCH_3

【0110】

【表37】

化合物 $^1\text{H-NMR}$ δ (ppm)
No. [Solvent]

物理的性質

63

64

4.01	2. 6.1 (s, 3H), 2. 9.4 (s, 3H) 7. 5.5~7. 9.5 (m, 4H) 8. 2.0 (d, $J=8$ Hz, 2H) 8. 4.6~8. 6.5 (m, 2H, Pyrazine ring) (CDCl ₃)	融点 110~115°C
4.02	2. 6.0 (s, 3H), 2. 9.3 (s, 3H) 7. 2.2~8. 1.3 (m, 6H) 8. 4.0~8. 5.9 (m, 2H) (CDCl ₃)	融点 123~125°C
4.03	8. 4.8~8. 3.6 (m, 2H) 7. 9.6~7. 2.8 (m, 6H) 3. 2.2 (δ , 2H, $J=7$ Hz, $\phi\text{-CH}_2\text{CH}_3$) 2. 5.7 (s, 3H, SCH ₃) 1. 3.4 (t, 3H, $J=7$ Hz, $\phi\text{-CH}_2\text{CH}_3$) (CDCl ₃)	融点 104~105°C
4.04	8. 4.9~8. 3.5 (m, 2H) 8. 0.7~6. 9.1 (m, 6H) 3. 2.3 (δ , 2H, $J=7$ Hz, $\phi\text{-CH}_2\text{CH}_3$) 2. 5.6 (s, 3H, SCH ₃) 1. 3.4 (t, 3H, $J=7$ Hz, $\phi\text{-CH}_2\text{CH}_3$) (CDCl ₃)	融点 89~91°C

[0111]

* * [表38]

(第2~4表)

化合物 No.	¹ H-NMR δ (ppm) (S o l v e n t)	物理的性質
4.05	8. 4.4 (dd, 2H, $J=2$ Hz) 8. 0.4 (d, 2H, $J=8$ Hz) 7. 6.8~7. 4.9 (m, 4H) 3. 2.3 (δ , 2H, $J=7$ Hz, $\phi\text{-CH}_2\text{CH}_3$) 2. 5.7 (s, 3H, SCH ₃) 1. 3.7 (t, 3H, $\phi\text{-CH}_2\text{CH}_3$) (CDCl ₃)	融点 90~91°C

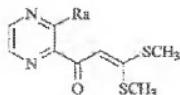
[0112] [第3~1表]

[0114]

[0113]

[表39]

{化26}



40

化合物 No.	Ra	¹ H-NMR δ (ppm) (S o l v e n t)	物理的性質
1.01	H	3. 1.0 (s, 3H, SCH ₃), 3. 1.5 (s, 3H, SCH ₃),	

65

66

	7. 9.5 (s, 1H, vinyl), 8. 9.3~9. 1.8 (m, 2H, Pyrazine ring), 9. 7.5 (d, $J=1$ Hz, 1H, Pyrazine ring) (CDCl ₃)	融点155~159°C.
1.02 C ₁₁ H ₁₁	2. 7.5 (s, 6H, S _{CH₃}), 3. 0.7 (s, 3H, CH ₃), 7. 4.0 (s, 1H, vinyl), 8. 5.3 (d, $J=2$, 6Hz, 1H, Pyrazine ring) 8. 6.3 (d, $J=2$, 6Hz, 1H, Pyrazine ring) (CDCl ₃)	融点102~104°C.
1.03 C ₁₂ H ₁₃	1. 5.8 (t, $J=8$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 2. 7.9 (s, 6H, S _{CH₃}), 3. 4.5 (q, $J=8$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 7. 3.6 (s, 1H, vinyl), 8. 5.8 (d, $J=2$, 4Hz, 1H), 8. 7.8 (d, $J=2$, 4Hz, 1H) (CDCl ₃)	融点87~89°C.

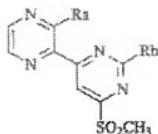
【0115】(第3~2次)

【0116】

【化27】

*【0117】

20【表40】



*

化合物No. Ra, Rb

'H NMR δ (ppm)
(Solvent)

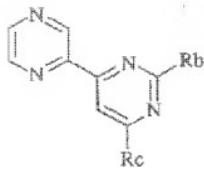
物理的性質

2.01	C ₇ H ₅ , 4-CF ₃ -phenyl
	1. 4.3 (t, $J=7$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 3. 3.4 (s, 3H, SO ₂ CH ₃), 3. 4.0 (q, $J=7$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 7. 1.6 (s, 1H, Pyrimidine ring), 7. 6.5~7. 7.9 (m, 2H), 8. 4.7~8. 6.6 (m, 4H) (CDCl ₃)
2.02	融点210~211°C.
	C ₇ H ₅ , 4-F-phenyl
	1. 4.2 (t, $J=8$ Hz, 3H, CH ₂ CH ₃), 3. 3.2 (s, 3H, SO ₂ CH ₃), 3. 3.5 (q, $J=8$ Hz, 2H, CH ₂ CH ₃), 6. 9.6~7. 2.5 (m, 3H), 8. 2.9~8. 5.5 (m, 4H), (CDCl ₃)
	融点189~190°C.

【0118】前記スキームあるいは実施例に準じて合成
される本発明化合物を前記実施例で合成した化合物を含め、第1表に示すが、本発明はこれらによって限定され
るものではない。

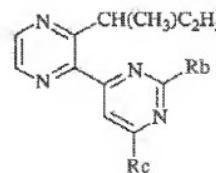
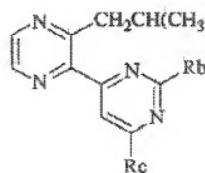
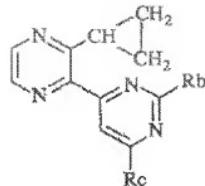
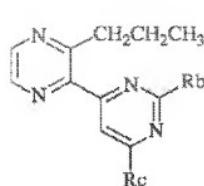
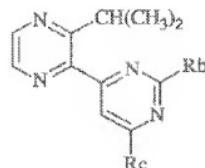
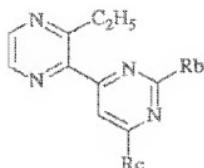
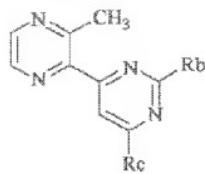
67

68

[0119] [第4表]
[0120]

* [化28]

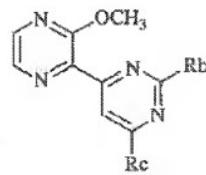
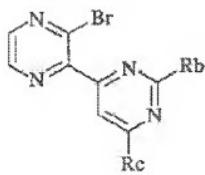
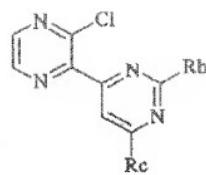
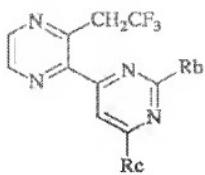
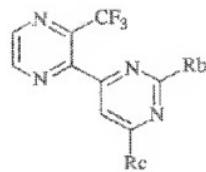
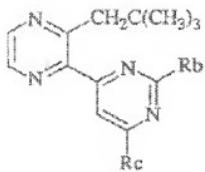
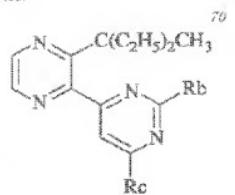
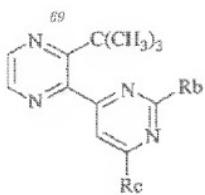
*



[0121]

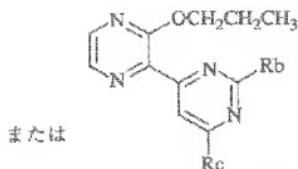
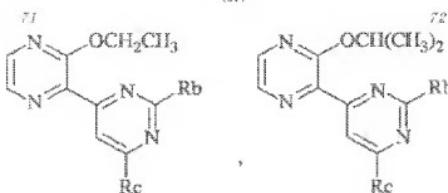
[化29]

(36)



[0122]

40 [M:3.0]



[0123]

* * [表41]

Rb	Rc
phenyl	SCH ₃
4-F-phenyl	SCH ₃
4-Cl-phenyl	SCH ₃
4-Br-phenyl	SCH ₃
4-I-phenyl	SCH ₃
4-CF ₃ -phenyl	SCH ₃
3-F-phenyl	SCH ₃
3-Cl-phenyl	SCH ₃
3-Br-phenyl	SCH ₃
3-I-phenyl	SCH ₃
3-CF ₃ -phenyl	SCH ₃
2-F-phenyl	SCH ₃
2-Cl-phenyl	SCH ₃
2-Br-phenyl	SCH ₃
2-I-phenyl	SCH ₃
2-CF ₃ -phenyl	SCH ₃
2-CH ₃ -phenyl	SCH ₃
4-CH ₃ -phenyl	SCH ₃
4-OCH ₃ -phenyl	SCH ₃
4-OCF ₃ -phenyl	SCH ₃
4-F-phenyl	OCH ₃
4-Cl-phenyl	OCH ₃

[0124]

[表42]

(第4去結合)

Rb	Rc
----	----

4-Br-phenyl	OCH ₃
4-CF ₃ -phenyl	OCH ₃
4-OCF ₃ -phenyl	OCH ₃
2-pyridyl	SC ₂ H ₅
3-pyridyl	SC ₂ H ₅
4-pyridyl	SC ₂ H ₅
2-thienyl	SC ₂ H ₅
3-thienyl	SC ₂ H ₅
benzyl	SC ₂ H ₅
5-CF ₃ -2-pyridyl	SC ₂ H ₅
5-Cl-2-pyridyl	SC ₂ H ₅
6-CF ₃ -3-pyridyl	SC ₂ H ₅
6-Cl-3-pyridyl	SC ₂ H ₅
4-pyridyl	OCH ₃
5-Cl-2-pyridyl	OCH ₃
5-CF ₃ -2-pyridyl	OCH ₃
4-CF ₃ -phenyl	SC ₂ H ₅
4-Cl-phenyl	SC ₂ H ₅
4-F-phenyl	SC ₂ H ₅
4-Br-phenyl	SC ₂ H ₅
4-OCF ₃ -phenyl	SC ₂ H ₅
4-CF ₃ -phenyl	SC ₂ H ₅

〔0125〕

〔改43〕

(第4表続)

Rb	Rc
4-Cl-phenyl	OCH ₂ H ₅
4-F-phenyl	OCH ₂ H ₅
4-Br-phenyl	OCH ₂ H ₅
4-OCF ₃ -phenyl	OCH ₂ H ₅
1-Cl-phenyl	SCH(CH ₃) ₂
4-CF ₃ -phenyl	SCH(CH ₃) ₂
4-F-phenyl	SCH(CH ₃) ₂
4-Cl-phenyl	OCH(CH ₃) ₂
4-CF ₃ -phenyl	OCH(CH ₃) ₂
4-F-phenyl	OCH(CH ₃) ₂
2-F-4-CF ₃ -phenyl	SCH ₃
3-F-4-CF ₃ -phenyl	SCH ₃
3, 4-di-F-phenyl	SCH ₃
2, 4-di-F-phenyl	SCH ₃
3, 4-di-Cl-phenyl	SCH ₃
2, 4-di-Cl-phenyl	SCH ₃
2-F-4-Cl-phenyl	SCH ₃
1-Cl-phenyl	OC(CH ₃) ₂
4-F-phenyl	OC(CH ₃) ₂
4-CF ₃ -phenyl	OC(CH ₃) ₂
4-Cl-phenyl	N(CH ₃) ₂

75

4-F-phenyl

N(CH₃)₂

[0126]

* * 【表44】

〔第4表续〕

Rb	Rc
4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₃) ₂
4-Br-phenyl	N(CH ₃) ₂
4-Cl-phenyl	NHCH ₃
4-F-phenyl	NHCH ₃
4-CF ₃ -phenyl	NHCH ₃
4-Br-phenyl	NHCH ₃
4-F-phenyl	NHC ₂ H ₅
4-Cl-phenyl	NHC ₂ H ₅
4-Br-phenyl	NHC ₂ H ₅
4-CF ₃ -phenyl	NHC ₂ H ₅
4-F-phenyl	NCH(CH ₃) ₂
4-Cl-phenyl	NCH(CH ₃) ₂
4-Br-phenyl	NCH(CH ₃) ₂
4-CF ₃ -phenyl	NCH(CH ₃) ₂
4-F-phenyl	NHCH ₂ CH ₂ CH ₃
4-Cl-phenyl	NHCH ₂ CH ₂ CH ₃
4-Br-phenyl	NHCH ₂ CH ₂ CH ₃
4-CF ₃ -phenyl	NHCH ₂ CH ₂ CH ₃
4-F-phenyl	NHC(CH ₃) ₂
4-Cl-phenyl	NHC(CH ₃) ₂
4-Br-phenyl	NHC(CH ₃) ₂
4-CF ₃ -phenyl	NHC(CH ₃) ₂

76

N(CH₃)₂

[0127]

【表45】

〔第4表续〕

Rb	Rc
4-F-phenyl	NHCH ₂ CH=CH ₂
4-Cl-phenyl	NHCH ₂ CH=CH ₂
4-Br-phenyl	NHCH ₂ CH=CH ₂
4-CF ₃ -phenyl	NHCH ₂ CH=CH ₂
4-F-phenyl	NHCH ₂ C≡CH
4-Cl-phenyl	NHCH ₂ C≡CH
4-Br-phenyl	NHCH ₂ C≡CH
4-CF ₃ -phenyl	NHCH ₂ C≡CH
4-F-phenyl	N(C ₂ H ₅) ₂
4-Cl-phenyl	N(C ₂ H ₅) ₂
4-Br-phenyl	N(C ₂ H ₅) ₂
4-CF ₃ -phenyl	N(C ₂ H ₅) ₂
4-F-phenyl	NH ₂
4-Cl-phenyl	NH ₂
4-Br-phenyl	NH ₂

77

4-CF ₃ -phenyl	NH ₂
4-F-phenyl	N(CH ₂ (CH ₃) ₂) ₂
4-Cl-phenyl	N(CH(CH ₃) ₂) ₂
4-Br-phenyl	N(CH(CH ₃) ₂) ₂
4-CF ₃ -phenyl	N(CH(CH ₃) ₂) ₂
4-F-phenyl	N(CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂
4-Cl-phenyl	N(CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂

78

【0128】

* * 【表46】

〔第4表範囲〕

Rb	Rc
4-Br-phenyl	N(CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂
4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂
4-F-phenyl	N(CH ₂ CH=CH ₂) ₂
4-Cl-phenyl	N(CH ₂ CH=CH ₂) ₂
4-Br-phenyl	N(CH ₂ CH=CH ₂) ₂
4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₂ CH=CH ₂) ₂
4-F-phenyl	N(CH ₂ C≡CH) ₂
4-Cl-phenyl	N(CH ₂ C≡CH) ₂
4-Br-phenyl	N(CH ₂ C≡CH) ₂
4-CF ₃ -phenyl	N(CH ₂ C≡CH) ₂
4-F-phenyl	Q ₁
4-Cl-phenyl	Q ₁
4-Br-phenyl	Q ₁
4-CF ₃ -phenyl	Q ₁
4-F-phenyl	Q ₂
4-Cl-phenyl	Q ₂
4-Br-phenyl	Q ₂
4-CF ₃ -phenyl	Q ₂
4-F-phenyl	Q ₃
4-Cl-phenyl	Q ₃
4-Br-phenyl	Q ₃
4-CF ₃ -phenyl	Q ₃

【0129】

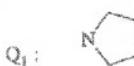
※ ※ 【表47】

〔第4表範囲〕

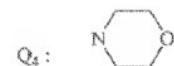
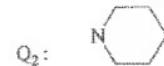
Rb	Rc
4-F-phenyl	Q ₁
4-Cl-phenyl	Q ₁
4-Br-phenyl	Q ₁
4-CF ₃ -phenyl	Q ₁

【0130】但し、第4表中のQ₁、Q₂、Q₃ および
Q₄は以下を表す。【0131】
【化31】

79



80



【0132】本発明化合物を除草剤として施用するにあたっては、一般には適當な担体、例えばクレーン、タルク、ベントナイト、珪藻土、ホワイトカーボン等の同体担体あるいは水、アルコール類（イソプロパノール、ブタノール、ベンジルアルコール、フルフリルアルコール等）、芳香族炭化水素類（トルエン、キシレン等）、エーテル類（アゾール等）、ケトン類（シクロヘキサン、イソホロソ等）、エステル類（酢酸ブチル等）、酸アミド類（N-メチルピロリドン等）またはハログン化炭化水素類（クロルベンゼン等）などの液体担体と混ぜて適用することができ、所望により界面活性剤、乳化剤、分散剤、浸透剤、崩壊剤、粘結防止剤、團結防止剤、安定剤などを添加し、被剝離剤、水和剤、ドライフルオラブル剤、フロアブル剤、勧制剂、剝離剤等任意の剤型にて実用供給することができる。

【0133】また、本発明化合物は必要に応じて製剤または散布時に他の種の除草剤、各種殺虫剤、殺菌剤、植物生長調節剤、其効率などを混合適用しても良い。特に、他の除草剤と混合適用することにより、施用量量の減少による低コスト化、混合農薬の効率化による殺草スペクトラムの拡大や、より高い殺草効果が期待できる。この際、同時に複数の公知除草剤との組み合わせも可能である。本発明化合物と配合使用する除草剤の種類としては、例えば、ファーム・ケミカルズ・ハンドブック（Farm Chemicals Handbook）1992年版に記載されている化合物などがある。

【0134】本発明化合物の施用量量は適用場面、施用時期、施用方法、栽培作物等により差異はあるが一般には有効成分量としてヘクタール（ha）当たり0.0001～10kg程度、好ましくは0.001～5kg程度が適當である。次に具体的に本発明化合物を用いる場合の製剤の配合例を示す。但し本発明の配合例は、これらのみに限定されるものではない。なお、以下の配合例において「部」は重量部を意味する。

【0135】〔水和剤〕

本発明化合物	5～80部
固体担体	10～85部
界面活性剤	1～10部
その他	1～5部

その他のとして、例えば潤滑防錆剤などがあげられる。

【0136】〔H.L.剤〕

本発明化合物	1～30部
液体担体	30～95部
界面活性剤	5～15部
〔フロアブル剤〕	
本発明化合物	5～70部
液体担体	15～65部
界面活性剤	5～12部
その他	5～30部

その他のとして、例えば凍結防止剤、増粘剤等があげられる。

【0137】〔粒状水和剤（ドライフルオラブル剤）〕

本発明化合物	2.0～9.0部
固体担体	1.0～6.0部
界面活性剤	1～2.0部
〔乾燥剤〕	
本発明化合物	0.1～1.0部
固体担体	90～99.9部
その他	1～5部

【0138】〔配合例1〕水和剤

本発明化合物 N.O. 1.1	5.0部
ジーカライトPFP	4.3部
（カオリイン系クリー；ジーカライト工業（株）商品名）	
ソルボール5050	2部
（アニオニン性界面活性剤：東邦化学工業（株）商品名）	
ルノックス1000 C	3部
（アニオニン性界面活性剤：東邦化学工業（株）商品名）	
カーブレックス#8.0（潤滑防錆剤）	2部
（ホワイトカーボン：塩野義製薬（株）商品名）	
以上を均一に混合粉碎して水和剤とする。	

【0139】〔配合例2〕乳 剤

本発明化合物 N.O. 7	3部
キシレン	7.6部
イソホロソ	1.5部
ソルボール3005X	6部
（非イオニン性界面活性剤とアニオニン性界面活性剤との混合物：東邦化学工業（株）商品名）	
以上を均一に混合して乳剤とする。	

【0140】〔配合例3〕フロアブル剤

本発明化合物 N.O. 1.1	3.5部
-----------------	------

アグリ・ハーブ 711 8部
 (非イオン性界面活性剤: 花王(株)商品名)
 ルーニックス 1093 C 0.5部
 (アミオン性界面活性剤: 東邦化学工業(株)商品名)
 1%ロードポール水 2.0部
 (堆肥剤: ローン・ブラン社商品名)
 エチレンジコール(凍結防止剤) 8部
 水 28.5部
 以上を均一に混ぜて、フロアブル剤とする。

【014-4】 [配合例4] 粒状水和剤 (ドライフロアブル剤)

本発明化合物 No. 1 7.5部
 イソイノンNo.1 1.0部
 (アミオン性界面活性剤: クラレイソブレンケミカル(株)商品名)
 パニッシュスN 5部
 (アミオン性界面活性剤: 山陽四葉バルブ(株)商品名)
 カーブリッカスH 0 1.0部
 (ホリトイカーボン: 斎藤醸造(株)商品名) 20
 以上を均一に混合粉砕してドライフロアブル剤とする。

【014-2】 [配合例5] 敷 料

本発明化合物 No. 1 0.1部
 ペントナイト 55.0部
 タルク 44.9部

以上を均一に混合粉砕した後、少量の水を加えて攪拌混合作りし、押出し造粒機で造粒し、乾燥して遮剤ににする。

【014-3】 使用に際しては上記水和剤、乳剤、フロアブル剤、粒状水和剤は水で50~1000倍に希釈して、有効成分が1ヘクタール(ha)当たり0.0001~1kgになるように散布する。次に、本発明化合物の除草剤としての有用性を以下の試験例において具体的に説明する。

【014-4】 [試験例-1] 土壌処理による除草効果試験

縦21cm、横1.8cm、深さ7cmのプラスチック製箱に殺菌した培養土塊を入れ、オオイヌノフグリ、ハコベ、コムギ、ビートの種子をそれぞれスッポン状に播種し、約1.5cm覆土した。各植物が2~3葉期に達したとき、有効成分量が所定の割合となるように京泉部へ小量スプレーで均一に散布した。散布の際の薬液は、前記配合例等に準じて適宜調整された水和剤を水で希釈して用いた。薬液散布3週間後に各種雑草および作物に対する除草効果を下記の判定基準に従い目視により測定した。結果を第5表に示す。

【014-5】 判定基準

1 - 敗葉率 90%以上 (ほとんど完全枯死)
 4 - 敗葉率 70~90%
 3 - 敗葉率 40~70%

2 - 敗葉率 20~40%
 1 - 敗葉率 5~20%
 0 - 敗葉率 5%以下 (ほとんど効力なし)

なお、各表中の記号は次の意味を示す。
 A (オオイヌノフグリ)、B (ハコベ)、a (コムギ)、b (ビート)
 【014-6】
 【表4-8】

(第5表) 除草処理による除草効果

化合物 No.	質量 (kg/ha)	A	B	a	b
6	0.63	5	4	0	3
7	0.63	5	3	0	5
8	0.63	5	3	0	1
10	0.63	5	5	0	5
11	0.63	5	5	0	5
12	0.63	5	4	0	5
17	0.63	5	5	0	5
18	0.63	5	5	0	5

【014-7】 [試験例-2] 混水条件における雑草発生抑制処理による除草効果試験

1/5m² 0.0001g/haのワグネルボット中に沖積土塊を入れた後、水を入れて混和し水深4cmの溝水条件とした。ノビエ、コナギ、キカシグサの種子を上記のボットに播種した後、2、5葉期のイネ苗を移植した。ボットを20~30℃の室温内に置いて植物を育成し、播種1日後には水面へ所定薬液になるように葉面希釈液をメスビベットで滴下処理した。薬液滴下後3週間目に各種雑草およびイネに対する除草効果を試験例-1の判定基準に従って測定した。結果を第6表に示す。

【014-8】 なお、各表中の記号は次の意味を示す。

C (ノビエ)、D (コナギ)、E (キカシグサ)、c (移植イネ)

【014-9】

【表4-9】

〔第6表〕水田における除草効果

化合物 No.	濃度 (kg/ha)	C	D	E	F
4	1.0	5	5	5	0
6	0.25	5	5	5	0
7	0.25	5	5	5	0
10	1.0	5	5	5	0
11	0.25	5	5	5	0
12	0.25	5	5	5	0
17	0.25	5	5	5	0
18	1.0	5	5	5	0

フロントページの続き

(61) Int. Cl. 4
C 07 D 409/14 認別記号 疗内審番号 F 1 技術表示箇所

(72) 発明者 鷹巣 劍
埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470日産化
学工業株式会社生物科学研究所内
(72) 発明者 滝沼 重臣
埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470日産化
学工業株式会社生物科学研究所内

(72) 発明者 石川 公宏
埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470日産化
学工業株式会社生物科学研究所内
(72) 発明者 伊藤 洋一
埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470日産化
学工業株式会社生物科学研究所内